

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 57-003800

(43)Date of publication of application : 09.01.1982

(51)Int.Cl.

C30B 33/00  
C30B 29/30  
// H01L 41/18

(21)Application number : 55-074873

(71)Applicant : TOSHIBA CORP

(22)Date of filing : 05.06.1980

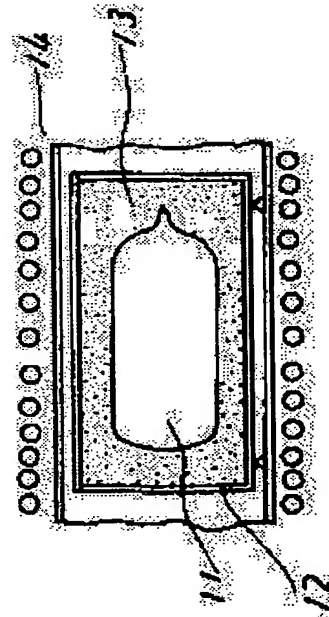
(72)Inventor : KOMI TADAO  
KAWAGUCHI KATSUJI

## (54) HEAT-TREATING METHOD OF SINGLE CRYSTAL

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To obtain prescribed parts in high yield without forming cracks, by heating a grown single crystal embedded in a powder of the same composition as that of the single crystal.

**CONSTITUTION:** A grown single crystal 11 of  $\text{LiTaO}_3$  is embedded in a powder 13 of the  $\text{LiTaO}_3$  filled in a ceramic container 12, and the container 12 is then placed in a heating furnace 14 and heated according to a prescribed temperature increasing curve. Thus, the single crystal 11 can be heated slowly and uniformly via the powder 13 without forming cracks on the surface thereof. If fine cracks are present at the edge thereof, the internal strain is relaxed without propagating and enlarging the cracks. The average particle diameter of the powder 13 is preferably  $500\mu$  or less, most preferably  $300\mu$  or less. According to the method, prescribed parts can be obtained in high yield by growing a piezoelectric single crystal, and processing the grown single crystal.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57—3800

⑪ Int. Cl.<sup>3</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和57年(1982)1月9日

C 30 B 33/00

6703—4G

29/30

6703—4G

// H 01 L 41/18

1 0 1

7131—5F

発明の数 1

審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑭ 単結晶の熱処理方法

⑯ 特 願 昭55—74873

⑰ 出 願 昭55(1980)6月5日

⑱ 発 明 者 小見忠雄

川崎市幸区堀川町72東京芝浦電  
気株式会社堀川町工場内

⑲ 発 明 者 川口勝司

川崎市幸区堀川町72東京芝浦電  
気株式会社堀川町工場内

⑳ 出 願 人 東京芝浦電気株式会社

川崎市幸区堀川町72番地

㉑ 代 理 人 弁理士 井上一男

明 細 書

1. 発明の名称 単結晶の熱処理方法

2. 特許請求の範囲

(1) 育成された単結晶を高温にて熱処理するにあたり、前記単結晶と同一組成の粉末中に完全に前記単結晶を埋没させて加熱することを特徴とする単結晶の熱処理方法。

(2) 単結晶が  $\text{LiTaO}_3$  単結晶又は  $\text{LiNbO}_3$  単結晶であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の単結晶の熱処理方法。

(3) 粉末の平均粒径が  $500 \mu$  以下であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の単結晶の熱処理方法。

(4) 粉末の平均粒径が  $100 \mu$  以下であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の単結晶の熱処理方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は単結晶の熱処理方法に関し、特に圧電性の単結晶を育成後加工して所定の部品が歩留よく得られるように改善された熱処理方法を提供す

ることを目的とする。

一般に単結晶たとえば  $\text{LiTaO}_3$  単結晶を育成する際には、融液に粉単結晶を接触させ引きあげて行き育成するものであるが、その際加熱炉の温度分布に偏りがあるため、育成された  $\text{LiTaO}_3$  単結晶内には歪を生じ易く、そのままの状態で加工すると歪のためクラックを生ずることになり、また表面に微細なクラックを発生しているものもあつて、その部分は研磨などして除去しなければならないものである。前記の不具合を除去し育成された  $\text{LiTaO}_3$  単結晶の加工歩留をよくするために  $\text{LiTaO}_3$  単結晶は通常その融点近くの高温で加熱して歪を緩和するように熱処理されている。

その処理方法はたとえば第1図に示すようにして行われている。育成された  $\text{LiTaO}_3$  単結晶(1)をセラミック板(2)上にセラミックスの粉末(3)を用いて固定し、加熱炉(4)中に入れ、温度上昇して所定の温度で熱処理をしている。このときには上部からはよく射にて熱が伝わり、下側からは熱の伝導によつて加熱されるので、 $\text{LiTaO}_3$  単結晶としては均

(1)

(2)

一加熱されることがなく、結晶内に温度差が生じて表面にクラックが発生し、ひどくなつて内部にまでクラックが進行することがある。このようなものを加工してウェハを形成するとクラックのため良品がきわめて少なく歩留の低下を来たすものである。さらに又前記したように微細なクラックが発生している  $\text{LiTaO}_3$  単結晶においては、クラック発生箇所は育成時引上げるときの  $\text{LiTaO}_3$  単結晶の下端部近傍に多いものであつて、このようなクラックは熱処理するときに更に進行して一層拡大してしまう。これらのクラックが発達したものを使用しようとするときには、その外周部を研磨して径を小さくしてのち加工することになり、材料歩留が悪く、クラックが深く侵入していればほとんど使用に耐えないことになる。

このような不具合を少なくするため、 $\text{LiTaO}_3$  単結晶を貴金属の容器に入れて熱処理すれば、いくらか均一に加熱されるが未だ十分でなく、さらに容器壁に  $\text{LiTaO}_3$  単結晶の一部が触れるとその部分からクラックが発生するという欠点があり、歩留

(3)

率を通じての伝導による加熱が主として行われ、きわめて徐々に単結晶は均一加熱されて行くことになる。したがつて表面にクラックの発生することなく、また前記したように端部に微細なクラックがあつてもこれが進行して拡大されることもなく、内部歪は勿論緩和されるものである。このようにして従来にくらべて不良率はきわめて少なくなり外径研磨することもないので単結晶の大口径長尺化もはかれることになり、例えば  $75\text{mm} \phi \times 120\text{mm}$  のものも育成熱処理されてのち加工してほとんど不良品がなく、格段に歩留を向上させることができた。

なお容器中に充填した粉末は加熱される単結晶と同一組成のものがよく、異なる材質であれば高温時反応したりして表面にクラックの発生をみるなどの不具合があり好ましくなく、又充填粉末も粒度が大きいと空隙部が増え、前述のような好適な均一加熱が出来にくくなるものであつて、平均粒径は  $500\text{ }\mu$  以下がよく、より好ましくは平均粒径  $100\text{ }\mu$  以下の粉末を用いるのがよい。

(5)

の向上がなかなか得られなかった。

本発明はこれらの点にかんがみ込まれたもので、単結晶を育成してのち高温にて加熱処理するにあたり、クラックが発生進行することなく歩留の向上がはかれる単結晶の熱処理方法を提供するものである。すなわち単結晶が育成されてのちこの単結晶と同一組成の粉末中に単結晶を埋没させ加熱することを特徴とするものである。

図面を参照して以下本発明の実施例について説明する。本発明による熱処理方法を第2図に示す。育成された  $\text{LiTaO}_3$  単結晶10をセラミック容器12中に充填された  $\text{LiTaO}_3$  の粉末13中に埋没させて、この容器を加熱炉14に入れ、所定の加熱温度曲線によつて加熱する。

このような単結晶の均一加熱は時に所定の加熱温度曲線の内、低温の部分における加熱状態が良好な単結晶を得るのに大きく影響するものであつて、本発明の場合は単結晶と同一組成の粉末にて容器内が充填されているので、ふく射による単結晶への加熱は低温時ほとんどしや断され、充填粉

(4)

なおくりかえし熱処理を続けると、容器と充填粉末とがいくらか反応して、粉末の融点の低下をみることになるので、容器の内側の表面にPtはくを取付させればこのようなことが防止でき一層好ましいものである。

以上は  $\text{LiTaO}_3$  単結晶について説明したが、これに限ることなく、圧電性の  $\text{LiNbO}_3$  単結晶などについても本発明の方法によつて熱処理すれば、従来おこっていた不具合は除去されて、同じようにきわめて良好な効果を示すものである。

このように本発明の熱処理によつて、育成されて得られた  $\text{LiTaO}_3$  などの単結晶内の歪は緩和され、単結晶の表面にクラックが発生することなく、均一加熱がきわめて容易に行えるので、単結晶の大口径長尺化もはかれることになり、又単結晶の端部に微細クラックがあつてもこれが進行して大きくなることはなく、本発明の方法は、育成された単結晶の熱処理時に従来おこっていた不具合を除去し、歩留の格段の向上とコストダウンがはかれ、量産性に富んだ工業的に有用な方法である。

(6)

4. 図面の簡単な説明

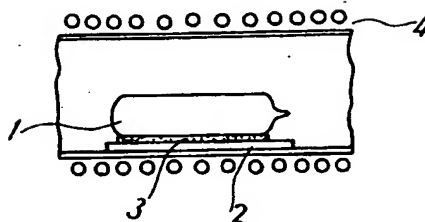
第1図は従来の単結晶の熱処理方法の状態を示す説明図、第2図は本発明の一実施例の説明図である。

- 11…単結晶、 12…セラミック容器、  
13…充填された単結晶と同一組成の粉末、  
14…加熱炉。

代理人 弁理士 井 上 一 男

(7)

第 1 図



第 2 図

